

Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra mechanické technologie

**Charakterizace pomocné keramiky pro výpal
termistorů**

**Characterization of Auxiliary Ceramics for Firing
of Thermistors**

Student:

Štěpán Kobza

Osobní číslo:

KOB0053

Vedoucí bakalářské práce:

Ing. Ondřej Hilšer

Ostrava 2020

Zadání bakalářské práce

Student: **Štěpán Kobza**
Studijní program: B2341 Strojírenství
Studijní obor: 2303R002 Strojírenská technologie
Téma: **Charakterizace pomocné keramiky pro výpal termistorů**
Characterization of Auxiliary Ceramics for Firing of Thermistors
Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

- 1) Proveďte rešerši současného stavu využití keramických materiálů ve strojírenství.
- 2) Proveďte rozbor pomocné keramiky, používané při výpalu keramických termistorů.
- 3) Navrhněte případné řešení metodiky charakterizace pomocné keramiky.
- 4) Porovnejte vliv pomocné keramiky na dosažení rovnoměrné teploty výpalu.
- 5) Na základě dosažených výsledků navrhněte možný směr při vývoji nových materiálů.
- 6) Proveďte celkové hodnocení dosažených výsledků.

Seznam doporučené odborné literatury:

OVČAČÍKOVÁ, H. a VLČEK, J. *Speciální keramické materiály*: studijní opora. 1. vyd. Ostrava: VŠB-TU Ostrava, 2013. 111 s. ISBN 978-80-248-3365-1.

PTÁČEK, L. a kol. *Nauka o materiálu II.* 2. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, s. r. o., 392 s. ISBN 80-7204-248-3.

TRNKA, P. a kol. Progresivní keramika v elektronických aplikacích. *Advances in Electrical and Electronic Engineering*. 2007, vol. 6, no. 3, p. 440-443. ISSN 1336-1376.

Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Ondřej Hilšer**

Konzultant bakalářské práce: Ing. Zdeněk Sita

Datum zadání: 20.12.2019

Datum odevzdání: 18.05.2020

Ing. Lucie Krejčí, Ph.D.
vedoucí katedry



prof. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D.
děkan fakulty

Prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě 18. 5. 2020



Podpis studenta

Prohlašuji, že

- byl jsem seznámen s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č.121/2000Sb - autorský zákon, zejména § 35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 – školní dílo.
- beru na vědomí, že Vysoká škola báňská – Technická universita Ostrava (dále jen VŠB – TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§ 35 odst.3).
- souhlasím s tím, že jeden výtisk bakalářské práce bude uložen v Ústřední knihovně VŠB – TUO k prezenčnímu nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o bakalářské práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB – TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB – TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo – bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB – TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB – TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- beru na vědomí, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě dne 18. 5. 2020



Podpis studenta

Adresa trvalého pobytu studenta

Štěpán Kobza

Okružná 319

789 91 Štíty

ANOTACE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Kobza, Š. *Charakterizace pomocné keramiky pro výpal termistorů: Bakalářská práce.* Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra mechanické technologie, 2020, 38 s, Vedoucí práce: Hilšer, O.

Bakalářská práce byla zpracována ve spolupráci se společností TDK Electronics s.r.o. a je zaměřena na stanovení vývoje vybraných vlastností pomocného keramického materiálu v závislosti na teplotě výpalu termistoru. Dosažené výsledky představují vstupní podklad pro nastavení okrajových podmínek simulace teploty výpalu na dosaženou kvalitu výrobku a její verifikaci. Práce je rozdělena na dvě části. V první části, které je teoretická, je provedena rešerše výrobních možností firmy TDK s bližším zaměřením na výrobu keramických termistorů na bázi Al_2O_3 . Praktická část je zaměřena na specifikaci změny vlastností keramických podpůrných částí při výpalu termistoru v závislosti na teplotě výpalu.

ANNOTATION BACHELOR THESIS

Kobza, Š, *Characterization of Auxiliary Ceramics for Firing of Thermistors: Bachelor Thesis.* VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Mechanical Technology, 2020, 38 p, Thesis head: Hilšer, O.

The bachelor thesis was elaborated in cooperation with TDK Electronics, Inc. and it is focused on the determination of selected properties of the auxiliary ceramic material in relation to the targeted firing of the thermistor. Achieving the contribution results for setting the boundary conditions of the firing temperature simulation to the expectation of the product result and its verification. The work is designed in two parts. The first part, which is theoretical, is limiting the production capabilities of TDK with a closer focus on the production of ceramic thermistors based on Al_2O_3 . The practical part is focused on specification of changes of ceramic support surfaces during thermistor firing in dependence on firing temperature.

Obsah

Úvod	8
1. Firma TDK Electronics, s.r.o.....	9
1.1 Historie společnosti	9
1.2 Výrobní program	10
1.2.1 Výrobky firmy TDK Electronics, s.r.o	11
2. Aktuální stav a využití keramických materiálů ve strojírenství	13
2.1 Využití keramických materiálů ve strojírenství	14
3. Rozbor stavu výroby keramických pozistorů	21
3.1 Sled operací při výrobě keramického pozistoru	21
3.1.1 Granulát	22
3.1.2 Lisování	22
3.1.3 Výpal výlisků	23
3.1.4 Lapování	24
3.1.5 Příprava elektrod	24
3.1.6 Řezání	24
3.1.7 Měření	24
3.1.8 Balení	24
4. Řešení metodiky charakterizace pomocné keramiky	25
4.1 Základní měřené vlastnosti keramiky	25
4.2 Měřicí přístroje	27
4.2.1 Planetový kulový mlýn PM 400	27
4.2.2 Dilatometr DIL 803	28
4.2.3 Měřicí přístroj STA 504	29
4.2.4 Měřicí přístroj EM 1600	30
4.3 PTC keramika	30
5. Výsledky měření teplotních vlastností PTC keramiky	31

5.1	Výsledky měření	31
6.	Porovnání vlivů pomocné keramiky	32
7.	Návrh možného směru při vývoji nových materiálů	33
Závěr		34
Použitá literatura		36
Seznam obrázků		38

Úvod

S neustálým rozvojem materiálových požadavků na výrobky pro tradiční i speciální aplikace jsou kladeny velké nároky na technologie a technická řešení. Keramické materiály jsou v dnešní době používány v podobě výrobků pro specifické aplikace. Především tzv. progresivní keramika, která představuje syntetický polykrystal s vyšším obsahem kovových i nekovových fází představuje v dnešní době významného materiálového zástupce pro aplikace v elektrotechnickém, leteckém, energetickém a kosmickém průmyslu.

Předním dodavatelem výrobků z keramických materiálů je společnost TDK Electronics, s.r.o., která již více než 20 let působí na českém trhu a své výrobky dodává do mnoha průmyslových odvětví, ale nejvíce dodávají komponenty pro automobilový průmysl. Při výrobě keramických termistorů nebo feritových jader se vychází ze syntetických až analyticky čistých surovin, speciálních tvářecích technik a způsoby výpalu i na velmi vysoké teploty. Díky výrobním podmínkám, které patří k „know-how“ podniku lze dosáhnout výrobků ze speciální a konstrukční keramiky vykazující mimořádné užité vlastnosti.

Výzkum v TDK Electronics, s.r.o. je aktuálně zaměřen na zjištění změny vlastností širokého rozsahu keramických materiálů v závislosti na teplotě. Získaná data budou sloužit jako vstupní podmínky pro vytvoření 3D simulace, jejíž výsledky budou predikovat vliv teploty výpalu keramických termistorů na výsledné vlastnosti daných termistorů. Jedná se o unikátní a cenově nákladný výzkum, který i z časového hlediska je velmi náročný.

1. Firma TDK Electronics, s.r.o.

Podnik TDK Electronics, s.r.o. dnes již představuje tradičního výrobce keramických pozistorů a feritových jader pro tuzemský i zahraniční trh. S jejich výrobky se lze setkat denně, především v podobě komponentů osobních automobilů. Samotná firma je dle výrobního programu rozdělena na dvě samostatné divize, a to na divizi MAG (Magnetics Business Group) a divizi PPD (Piezo and Protection Devices Business Group).

1.1 Historie společnosti

1956 – Výroba feritu v Šumperku pod značkou Pramet. Název podniku vznikl celkem zajímavým způsobem, spojením dvou slov (prášková a metalurgie).

1983 – Změna jména společnosti TDK Corporation.

1989 – Vznikl společný podnik Siemens Matsushita Components A. G. se sídlem v Mnichově.

1999 – Přejmenování společnosti na EPCOS A. G. (Electronic Parts and Components). Šumperk se stává evropským centrem pro výrobu feritů.

2000 – Zahájení výroby v novém závodě EPCOS s. r. o. Šumperk. Zahájení výroby v nových halách a širokého sortimentu feritů a dalších elektronických součástek.

2004 – Začátek výroby keramických pozistorů.

2008 – Vytvoření vývojového centra pro pozistory v Šumperku

2009 – Společnost EPCOS se stala členem nadnárodní skupiny TDK.

2014 – Vytvoření vývojového centra pro feritová jádra v Šumperku.

2018 – Přejmenování společnosti na TDK Electronics s. r. o.

1.2 Výrobní program

TDK Electronics s.r.o. je předním výrobcem keramických pozistorů a feritových jader. Společně s dalšími divizemi, které jsou rozmístěny na kontinentech Evropa, Asie a Amerika tvoří součást nadnárodní skupiny TDK. Firma TDK vyrábí elektronické součástky a komponenty, které můžeme najít téměř ve všech elektrických zařízeních. Tyto součástky slouží k ochraně spolehlivost napájení, zpracování elektrických signálů a navíc chrání obvody před selháním. [1]

Divize PPD (Piezo and Protection Devices Business Group) se zabývá výrobou keramických pozistorů. Příklad výrobků je uveden na (Obr. 1). Keramické pozistory mají uplatnění jako vyhřívače kabin automobilů, senzory hladiny kapaliny, teplotní senzory, přepěťová ochrana, parkovací senzory a nově se používají v elektroautomobilech. [1]

Divize MAG (Magnetics Business Group) vyrábí feritová jádra (Obr. 2). Feritová jádra se používají jako součástky zdrojů elektrického napětí (transformátory), výkonových měničů pro solární, lékařskou a dopravní techniku, v telekomunikačním průmyslu, v přístrojích a zařízeních k měření spotřeby elektrického proudu, a také k bezdrátovému přenosu energie.[1]

Společnost je držitelem certifikátů EN ISO 14001:1996 a ISO/TS 16949:2016. Tento certifikát je nezbytný pro uskutečňování dodávek pro automobilový průmysl. Velký význam pro společnost je uspokojování očekávání, přání a požadavků zákazníků na vysokou kvalitou jejich výrobků a služeb. [1]

1.2.1 Výrobky firmy TDK Electronics, s.r.o



Obrázek 1 Keramické součástky značky EPCOS

Zdroj: <https://www.doe.cz/cs/pasivni-soucastky-epcos-tdk/>



Obrázek 2 Feritové součástky značky EPCOS

Zdroj: <https://www.doe.cz/cs/pasivni-soucastky-epcos-tdk/>



Obrázek 3 Snímek firmy z leteckého pohledu

Zdroj: <https://mapy.cz/zakladni?x=16.9622842&y=49.9514125&z=18&m3d=1&height=324&yaw=130&pitch=-45&base=ophoto>



Obrázek 4 Hlavní budova firmy TDK

Zdroj: https://sumpersky.denik.cz/galerie/foto.html?mm=tdk_spk

2. Aktuální stav a využití keramických materiálů ve strojírenství

Keramické materiály jsou ve strojírenském průmyslu využívány již několik staletí. Postupem času a vývojem se pod tento pojem začaly zahrnovat materiály připravené tzv. keramickou technologií, Principem této technologie bylo dosažení pevné hmoty vypalováním, při vysoké teplotě. Co se týče struktury keramiky je tvořena z velké části hlinou s přídavkem jílových minerálů. Postupem času se začaly používat převážně práškové materiály, u kterých je teplota vypalování nižší než teplota tavení jednotlivých složek materiálu. [4-5]

Keramická výroba byla založena převážně na empirických principech. K výrobě používali převážně přírodních surovin. Seběmenší změna nebo odchylka vyvolávala problém, které se obtížně identifikovali a následně i pracně odstraňovali. Bylo obtížné předvídat účinky složení substrátu, technologického postupu a výrobních podmínek na vlastnosti výsledného produktu. Byl to vlastně jen vždy odhad [6].

K zamezení tohoto stavu byly sledovány vlastnosti jednotlivých izolovaných fází keramiky. Velký důraz se pak kladl na způsob vzniku těchto fází a jejich rozdělení v keramickém materiálu. Tento způsob se osvědčil. Dnes jsou tyto procesy podstatnou složkou keramického výzkumu jak fyzikálního, tak i chemického. Přinesl již mnoho kladných výsledků, a zejména u keramických materiálů pro technické použití, u nichž jsou kladeny přísné požadavky na vlastnosti, a především jejich tolerance. [6]

Keramické materiály se dělí podle různých hledisek, např. podle obsahu pórů ve struktuře, podle chemického nebo fázového složení. Do skupiny jemné keramiky zahrnujeme např. porcelán a technickou keramiku, zatímco hrubou keramiku reprezentují výrobky cihlářské a žáruvzdorné materiály pro vyzdívku průmyslových pecí. Podle účelu a použití se často dělí na keramiku stavební, technickou, užitkovou a žáruvzdornou.[6]

2.1 Využití keramických materiálů ve strojírenství

Konstrukční a strojírenské keramické materiály můžeme rozdělit dle použití do daných skupin:[7]

- **Povlaky**
- **Tepelné stroje**
- **Vojenské a kosmické aplikace**
- **Elektrochemické zařízení**
- **Řezné nástroje**
- **Biokeramika**
- **Ložiska**
- **Tepelné výměníky**
- **Keramické součástky**
- **Otěruvzdorné součásti**

Povlaky

Keramické povlaky vykazují vyšší odolnost materiálu proti abrazi, zlepšují chemickou a tepelnou odolnost a zvyšují vysokoteplotní mazací vlastnosti. Používají se jako ultra tvrdé povlaky pro řezné nástroje, tepelné izolace samomazné povlaky pro vznětové motory a plynové turbíny. Povlaky bioaktivních skel a sklokeramik se používají ve zdravotnictví, např. při výrobě ortopedických implantátů. [7]

Tepelné stroje

Při výrobě strojů, které pracují při vysokých teplotách, se nejčastěji používá keramika nitridu nebo karbidu křemíku. Tato keramika se používá ve třech oblastech – jako disktrétní součástky turbodmychadel, povlaky nebo monolitické komponenty zejména pro vznětové motory a jako materiál pro výrobu celokeramických plynových turbín. [7]

Vojenské a kosmické aplikace

Patří mezi nejdůležitější materiály pro výrobu vojenských a kosmických zařízení jako jsou raketové trysky nebo jiné součásti spalovacích motorů. Překvapující je použití keramických materiálů jako je oxid hlinitý, karbid boru, karbid křemíku nebo borid titanu na pancéřování vojenských strojů, zejména letadel a vrtulníků. Při používání křehkého keramického materiálu se zjistilo, že mají stejné vlastnosti jako kovové pancéřování, ale o mnoho nižší hmotnost. [7]



Obrázek 5 Vojenské letadlo – Lockheed C-130 Hercules

Zdroj: https://cs.wikipedia.org/w/index.php?title=Lockheed_C130_Hercules&oldid=18219

857

Elektrochemické zařízení

Keramika pro elektrochemická zařízení musí mít zejména vhodné elektrické vlastnosti a současně musí mít vyhovující mechanické parametry. Keramiky na bázi oxidu zirkoničitého nebo β – oxidu hlinitého slouží jako vysokoteplotní supraiontové vodiče. Ty se používají v palivových článcích, autobateriích, tepelných strojích, elektrodách a senzorech kyslíku. [7]



Obrázek 6 Senzor kyslíku (Lambda sonda)

Zdroj: <https://globusks.ru/cs/prichiny-neispravnosti-datchika-lyambda-zond-vazhnye-nyuansy-kak-rabotaet/>

Řezné nástroje

Keramické materiály, jakou jsou slinuté karbidy, si zachovávají tvrdost a pevnost i při vyšších teplotách. Mají lepší živostnost a odolnost vůči vysokoteplotním deformacím. Mohou sloužit i za vysokoteplotních podmínek, které panují při velmi výkonném vysokorychlostním obrábění. Při výrobě řezných nástrojů se často používají keramiky na bázi oxidu hlinitého zpevněná whiskery karbidu křemíku, keramika na bázi nitridu a křemíku a v poslední době se čím dál častěji začínají aplikovat i keramické materiály na bázi karbidu křemíku. [7]

Biokeramika

Biokeramické materiály se často používají na dentální nebo ortopedické implantáty. Tuto keramiku můžeme rozdělit do třech kategorií – na interní, bioaktivní a resorbovatelné keramické materiály. Jako interní biokeramické materiály se často používají zejména oxid hlinitý a oxid zirkoničitý v transformačně zhouževnatelné formě a částečně také na bázi nitridu křemíku. Keramiky s bioaktivním povrchem se vyrábějí z hydroxyapatitu, sklokeramických materiálů, bioskel a kompozitů. Resorbovatelná keramika se připravuje zejména z kompozitů polymerů a kalcia fosfátu. [7]



Obrázek 7 Ortopedický implantát

Zdroj: <https://www.ionbond.com/cz/zakazkove-povlakovani/prospekty-ke-stazeni/ortopedicke-implantaty/>

Ložiska

Keramika je odolná vůči únavě, vysokým teplotám a ztrátě mazných vlastností lépe než kovy. Proto je častou alternativou při výrobě kulových i válečkových ložisek. Velmi vysoká tvrdost je důležitou vlastností při konstrukci a následné výrobě nových typů motorů s vysokou tepelnou účinností. Nízká hustota keramiky má za následek nižší odstředivé zatížení, nižší prokluzování při vyšších rychlostech. Z toho plyne, že keramické komponenty mají vyšší životnost oproti ocelím. Především nitrid křemíku má širokou použitelnost v kuličkových ložiscích, protože má malý třecí koeficient, vysokou odolnost vůči otěru a velmi dlouhou životnost. Pro výrobu kuličkových ložisek se často používají keramiky jako je oxid hlinitý a karbid křemíku. [7]



Obrázek 8 Keramické kuličkové ložisko

Zdroj: <https://rckane.cz/radialni-keramicka/44658-keramicke-kulickove-lozisko-5x10x4mm-mr105-2rs-c-2-gf-0510-001-5413911104739.html>

Tepelné výměníky

Při výrobě tepelných výměníků a rekuperátorů se nejčastěji používá keramika karbidu křemíku. Ten má vysokou tepelnou odolnost, vynikající tepelnou vodivost a odolnost vůči korozi. [7]

Keramické součástky

Keramické součástky jsou nepostradatelnou složkou elektronických obvodů. Používají se ve všech oblastech elektroniky, například ve spotřební elektronice, v automobilech, telekomunikačních zařízeních, strojírenství nebo zdravotní technice. I když je keramika tradičně považována za izolační materiál, po 2. světové válce její výzkum vedl k novým materiálům, které mají polovodivé, supravodivé, piezoelektrické a magnetické vlastnosti.

Největší objem keramických součástek zaujímají pasívní součástky, které jsou používány k ukládání nebo přeměně energie. Sem patří zejména součástky na bázi BaTiO₃, jako jsou keramické kondenzátory, prvky sloužící k ochraně před nadměrnými proudy nebo jako přepětíové ochrany (termistory, varistory, svodiče přepětí). Další skupinou jsou pevné a proměnné odpory. Tyto součástky jsou vyráběny z oxidů kovů nebo jako kompozitní materiály (vodivé částice v keramické matici).

Další skupinou je piezokeramika, která při změně napětí mění své rozměry, a mění tak elektrickou energii na mechanickou a naopak. Používá se k výrobě filtrů, rezonátorů, mikrofónů, tlakových či parkovacích senzorů, průtokoměrů nebo senzorů úrovně hladiny. Piezokeramické součástky se nejčastěji vyrábějí z tzv. PZT keramiky na bázi oxidů olova, zirkonu a titanu.

Elektrokeramika se používá rovněž k výrobě ferritových permanentních magnetických jader, vyráběných z tzv. ferritových keramických oxidů, které se chovají jako tvrdé magnety.

K výrobě těchto součástek se používají oxidy železa s příměsemi baria nebo stroncia.

Otěruvzdorné součásti

Největší výhodou keramických materiálů ve srovnání s kovy nebo polymery je vysoká tvrdost, chemická odolnost za nízké náklady. Nejběžnější materiály pro otěruvzdorné aplikace jsou oxid hlinitý, nitrid křemíku a částečně stabilizovaný oxid zirkoničitý. Tyto materiály mají dostatečnou houževnatost a korozní odolnost. Mezi abrazivzdorné součásti patří mlecí tělesa pro kulové mlýny nebo nástroje pro tváření. Tyto nástroje musí vydržet vysoké teploty a tlaky. Další důležitou vlastností je odolnost vůči teplotním rázům. Musí mít dostatečnou lomovou houževnatost. Jedním z materiálů, který splňuje tyto požadavky, je částečně stabilizovaný oxid zirkoničitý nebo nitrid křemíku. Otěruvzdorné materiály se dají používat pro vysokotlaká čerpadla, která se vyrábějí se z uvedených materiálů. Již zmíněné materiály se dají používat i při výrobě keramických těsnění, která vyžadují tvrdost, vysokou otěruvzdornost a rezistenci ke korozi za vyšších teplot. [7]

Keramické brusné materiály

Keramika je velmi tvrdá, a proto se často používá při výrobě brusných materiálů pro řezání, broušení a leštění. Tavený oxid hlinitý a karbid křemíku jsou dva nejčastěji používané materiály. Zrna oxidu hlinitého jsou houževnatější než karbidy křemíku, proto nejsou vhodné pro broušení tvrdých materiálů. Karbid křemíku je pro tuto činnost mnohem vhodnější. Kombinace oxidu zirkoničitého s oxidem hlinitým se zlepšuje brusná schopnost materiálu, který má vyšší pevnost, tvrdost a ostrost zrn než samotný oxid hlinitý. Jiným keramickým brusivem je kubický nitrid bóru. Tento materiál je tvrdý jako diamant a má lepší tepelnou stabilitu. [7]



Obrázek 9 Keramické brusné kotouče

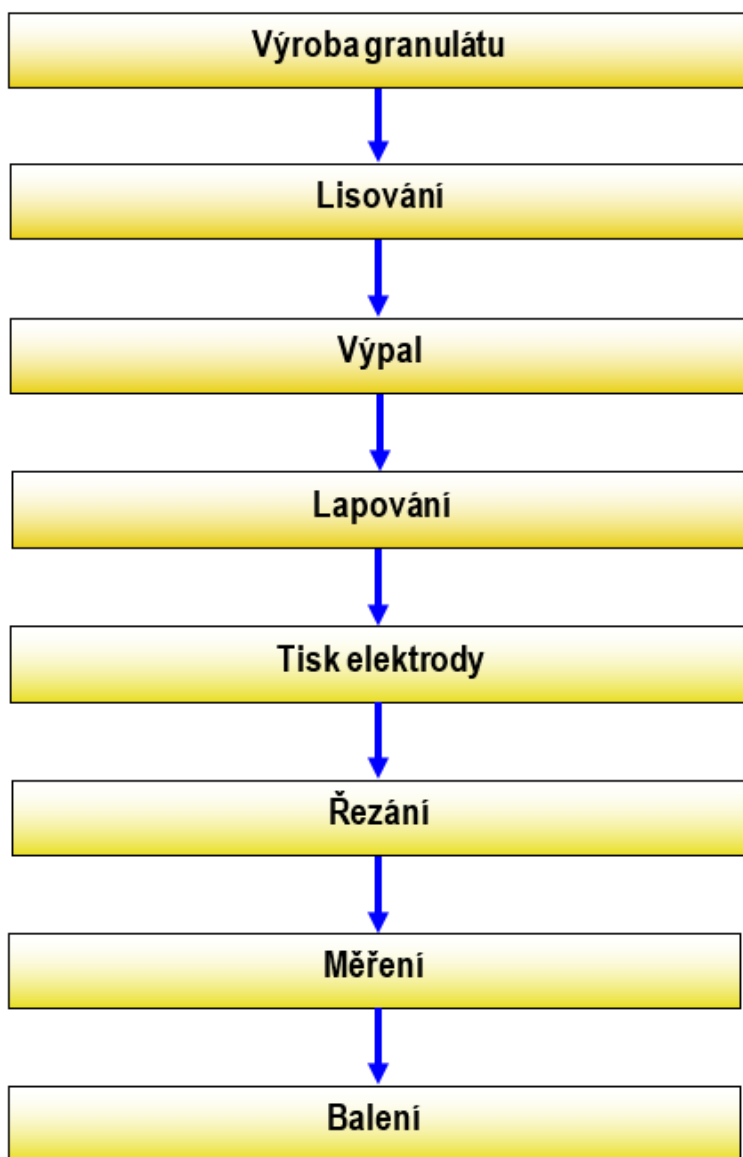
Zdroj: <https://www.dpparts.cz/produkty/brusne-kotouce/keramicke-brusne-kotouce-kameny-krs?zobrazit-zbozi=332>

3. Rozbor stavu výroby keramických pozistorů

V této kapitole je probrán technologický postup výroby keramických pozistorů, které jsou předmětem analýzy, publikované v experimentální části této práce.

3.1 Sled operací při výrobě keramického pozistoru

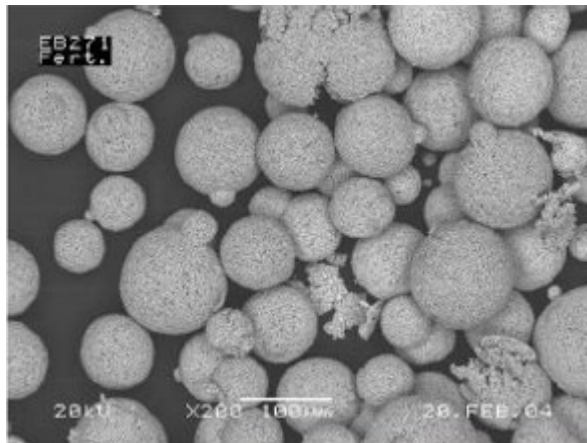
Výroba keramických pozistorů je z technologického hlediska relativně náročná, jelikož se skládá z 8 technologických operací, jak je schematicky uvedeno na Obr. 10.



Obrázek 10 Schematické zobrazení sledu operací při výrobě pozistorů [2]

3.1.1 Granulát

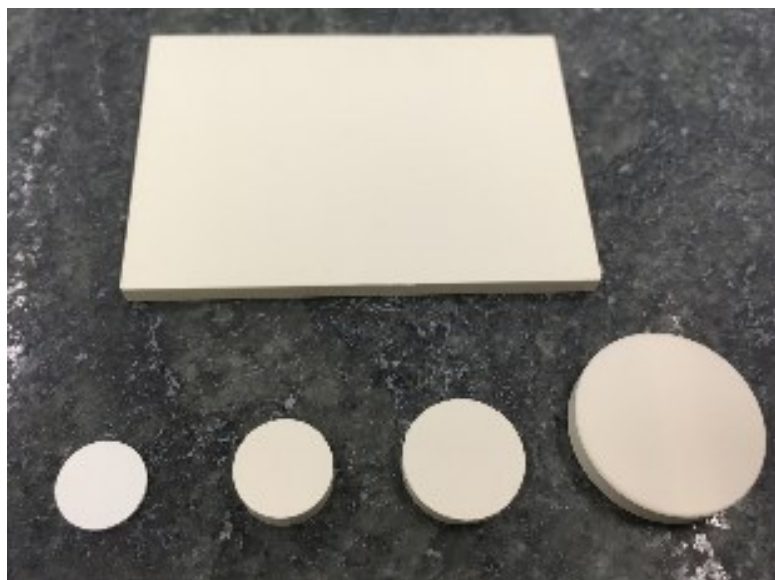
Granulát je keramický materiál, který je připravený ve formě jemného prachu (velikost částic = 3 - 5 μm). Pro snadné plnění lisu je jemný prach spojený polymerním pojivem do granulí o velikosti cca. 60 - 100 μm (příklad, viz. Obr. 11).



Obrázek 11 Příklad keramického granulátu [2]

3.1.2 Lisování

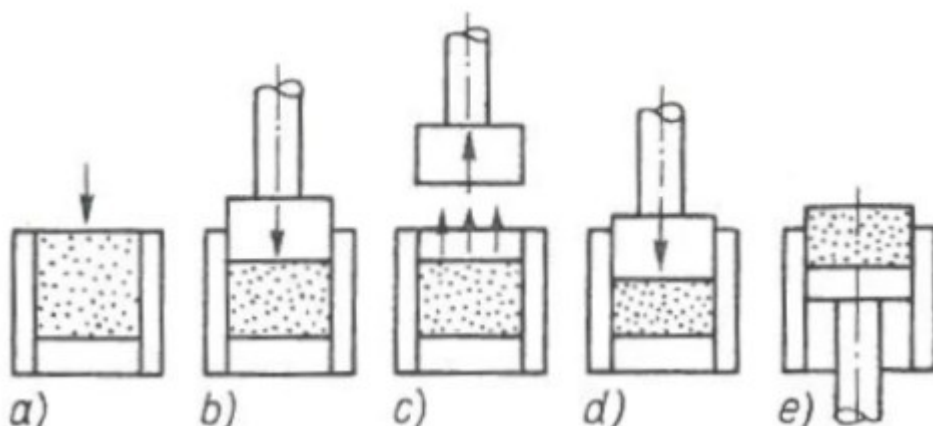
Lisování je proces, kterým se volně sypaný granulát mechanickou silou formuje do tvaru budoucího výrobku (Obr. 12). Důležitými parametry jsou rozměry, váha a hustota vylisku.



Obrázek 12 Základní tvary vylisku z granulátu [2]

Schematické zobrazení procesu lisování granulátu je uvedeno v Obr. 13. Granulát se sype z plnicího zařízení „násypky“ do otvoru matrice nástroje. Objem sypaného granulátu je vymezen výškou nasypu materiálu, tedy pozicí dolního razníku (tzv. volumetrické plnění).

Přebytečný granulát se setře plastovou stěrkou nebo násypkou, která je k této činnosti nastavena. Horní razník se zasune do matrice (horní a dolní razníky se pohybují proti sobě) a granulát se slisuje. Při dosažení nastavené lisovací tloušťky je výlisek vytlačen spodním razníkem a odsunut z prostoru nástroje. Výlisek se přes skluzavku přesouvá na pás. Na skluzavce nebo na pásu dochází k odstranění otřepů rotačním kartáčem.



Obrázek 13 Schematické znázornění procesu lisování [2]

3.1.3 Výpal výlisků

K výpalu výlisků pozistorů jsou potřeba žáruvzdorné keramické pomůcky pro výpal.

Detailní popis výpalu je uveden v Technické zprávě. [17]

Způsob uložení keramiky při výpalu je uveden na obrázcích 14. a 15., které jsou uvedeny v Technické zprávě. [17]

Jako výpal (sintrace) je označováno tepelné zpracování keramického materiálu. Při něm dojde ke spečení zrn keramického granulátu, v důsledku čehož vznikne mírně porézní, ale velmi pevný krystalický materiál.

Výpal je velmi komplikovaný proces. Vedle fyzikálních procesů, které jsou spojeny se spékáním hmoty, jsou důležité také chemické procesy, které určují výsledné elektrické vlastnosti pozistorů. Ty jsou velmi citlivé na teplotní profil výpalu a složení plynné fáze, ve které se výpal provádí. Proto je třeba tento proces provádět s co největší přesností nastavení teplot a atmosféry. Obr. 16, který zobrazuje sestavu pro výpal je uveden v Technické zprávě. [17]

Výpal je prováděn v průběžných pecích s kontrolovaným teplotním profilem a řízeným prouděním vzduchu. Celková délka teplotního režimu při výpalu je uvedena v Technické zprávě. [17]

Při výpalu prochází sintrační lodička průběžnou pecí a dochází k procesu výpalu. Po ukončení výpalu jsou keramické substráty vyloženy ze sintrační lodičky. Pomocné keramické materiály jsou odděleny a keramické substráty pokračují na další operace

3.1.4 Lapování

Po ukončení výpalu jsou keramické substráty broušeny na rovnoměrnou tloušťku. Proces broušení se nazývá lapování. Substráty jsou vloženy do disků, které se planetárně otáčejí mezi dvěma diamantovými kotouči. Mezi kotouče a substráty je vstřikována brusná suspenze s brusným médiem z tvrdokovu. Planetárním otáčením kotoučů a jemností brusiva je dosaženo rovinnosti $< 5 \mu\text{m}$.

3.1.5 Příprava elektrod

Úkolem elektrod je zajistit elektrický kontakt keramického pozistoru k vnějším kontaktům.

Elektrody jsou připraveny ve formě pasty a tisknou se na obě velké plochy pozistoru metodou sítotisku. Po natištění se elektrody vysuší a vypálí v průběžné peci. Typickým materiálem pro elektrodu pozistoru je hliník nebo stříbro.

3.1.6 Řezání

Keramické substráty s elektrodami jsou v dalším procesu upraveny na konečnou velikost. Nejprve se hrany substrátů srovnají diamantovou bruskou. Poté jsou nařezány na konečnou velikost řezačkami s diamantovým řezným kotoučem.

3.1.7 Měření

Pozistory jsou vždy 100 % kontrolovány na elektrických testerech, zda vyhovují specifikaci zákazníka. Testery měří odpor při 25 °C a vytřídí vadné součástky, které jsou mimo zákaznické limity.

3.1.8 Balení

Hotové pozistory jsou baleny do rozdílných typů balících materiálů podle zákaznických specifikací. Typickými obaly jsou plastové tyče, plastové krabičky nebo kartónové krabičky. Takto jsou pak odesílány zákazníkům.

4. Řešení metodiky charakterizace pomocné keramiky

V této kapitole jsou představeny základní tepelné vlastnosti, které byly měřeny na analyzované PTC keramice.

4.1 Základní měřené vlastnosti keramiky

Tepelná vodivost

Zjednodušené lze tepelnou vodivost charakterizovat jako schopnost materiálu vést teplo. U keramiky mohou tuto vlastnost ovlivnit tyto faktory (vnitřní pórovitost, hranice zrn nebo nečistoty). Při dodržení těchto tří základních vlastností můžeme dosáhnout vyšších nebo naopak nižší úrovně tepelné vodivosti. [8]

Hodnotu tepelné vodivosti materiálu lze kvantifikovat tzv. součinitelem tepelné vodivosti (λ), který se vypočítá dle vztahu (1).

$$\lambda = \frac{d}{t \cdot S \cdot \Delta T} \cdot Q \text{ [W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}] \quad (1)$$

kde: d je kolmá vzdálenost mezi dvěma měřenými povrchy, t představuje čas, S je plocha, ΔT je rozdíl mezi teplotami na měřených plochách a Q představuje množství dodaného tepla.

Měrná tepelná kapacita

Udává množství tepla, které přijme těleso z určitého materiálu o hmotnosti 1 kg, pokud ho ohřejeme o 1 °C. [9]

Měrnou tepelnou kapacitu (c_p) lze stanovit dle vztahu (2).

$$c_p = \frac{\Delta Q}{m \cdot \Delta T} \text{ [J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}] \quad (2)$$

kde: ΔQ je množství tepla, m představuje hmotnost a ΔT je změna teploty.

Teplotní roztažnost

Poměr, kterým se materiál rozšiřuje v souladu se změnami teploty, se nazývá koeficient tepelné roztažnosti. Jelikož mají nízké koeficienty tepelné roztažnosti, jsou jejich hodnoty deformace s ohledem na změny teploty velmi nízké. Koeficienty tepelné roztažnosti závisí na především na síle spojení mezi atomy, které tvoří materiály. Kovalentní materiály jako diamant a karbid křemíku mají silné vazby mezi atomy, což vede k nízkým koeficientům tepelné roztažnosti. [10]

Obecný vztah pro výpočet teplotní roztažnosti je podle vzorce (3) definován jako přímá úměra změny délky v závislosti na teplotě.

$$\Delta X = X_0 \cdot \gamma \cdot \Delta T [K^{-1}] \quad (3)$$

kde: ΔX rozdíl měřené veličiny, X_0 počáteční hodnotu měřené veličiny, γ je tzv. součinitel teplotní roztažnosti a ΔT je změna teploty.

Při výpočtu teplotní roztažnosti lze stanovit tzv. **Teplotní objemovou roztažnost** nebo **Teplotní délkovou roztažnost**.

4.2 Měřicí přístroje

V této kapitole jsou probrány stroje, které byly použity při experimentálním měření.

4.2.1 Planetový kulový mlýn PM 400

Velmi vysoké odstředivé síly planetových kulových mlýnů vytváří vysokou drtící energii, a tak umožňují rychlejší mletí. Má 4 mlecí stanice. Mlecí nádoba je uspořádána excentricky na talířovém kolu. Umožňuje řízení otáček a je vhodný pro testovací laboratoře [11]. S ohledem na pevnost rozemílaných materiálů se používají mlecí misky, vyrobené z oceli nebo s otěruvzdornou vložkou, které snižuje míru kontaminace prášku.

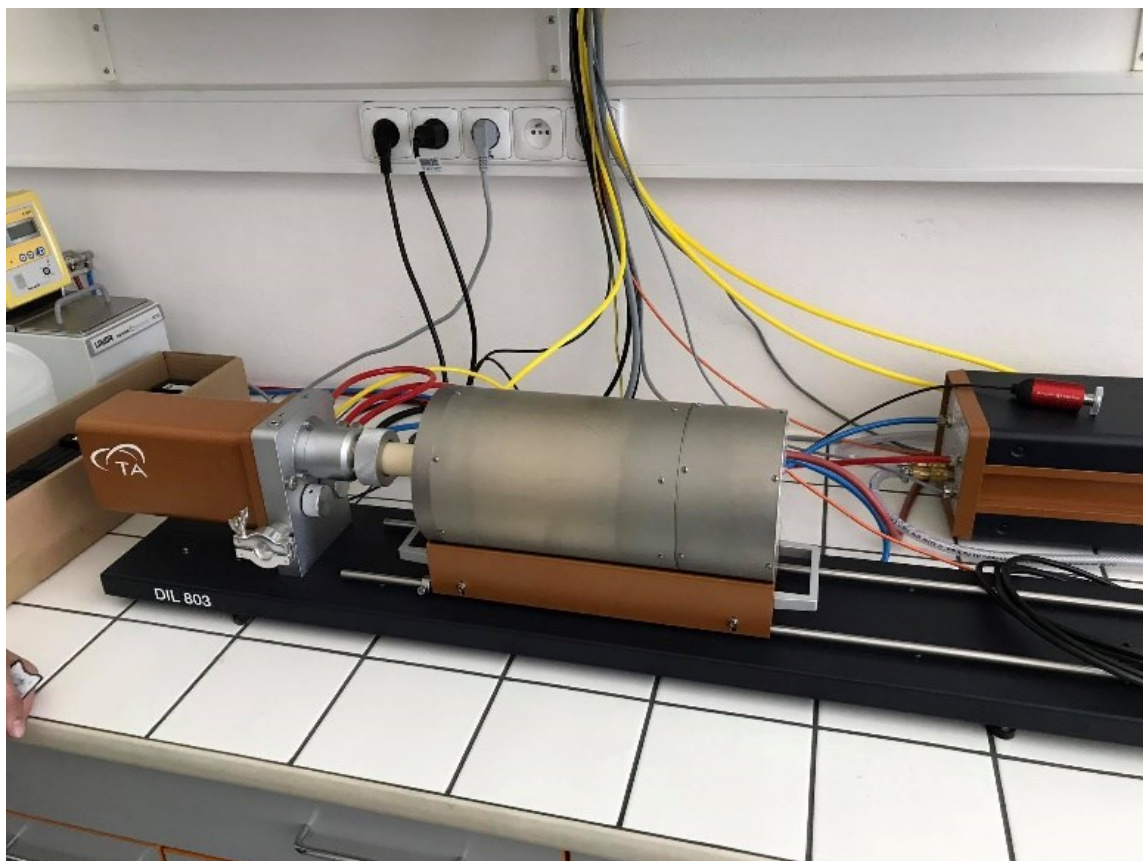


Obrázek 14 Planetový kulový mlýn PM 400[11]

4.2.2 Dilatometr DIL 803

Dilatometr DIL 803 je navržen pro měření pod vakuem nebo inertním plynem. Ideální přístroj pro měření keramických materiálů. Tento stroj disponuje i velkým teplotním rozsahem od $-160\text{ }^{\circ}\text{C}$ až do $1700\text{ }^{\circ}\text{C}$. [12]

Horizontální strana pece zaručuje optimální rovnoměrnost teploty. Měření posuvu se provádí pomocí LVDT (Lineární diferenciální převodník), sloužící pro měření pohybu vzorku. [12]



Obrázek 15 Dilatometr DIL 803

4.2.3 Měřicí přístroj STA 504

Přístroj STA 504 je mimořádně flexibilní a umožňuje měření mnoha typů vzorků. Měření se provádí v inertním plynu nebo ve vakuu. Maximální teplota, kterou může stroj dosáhnout je 1060 °C. [13]

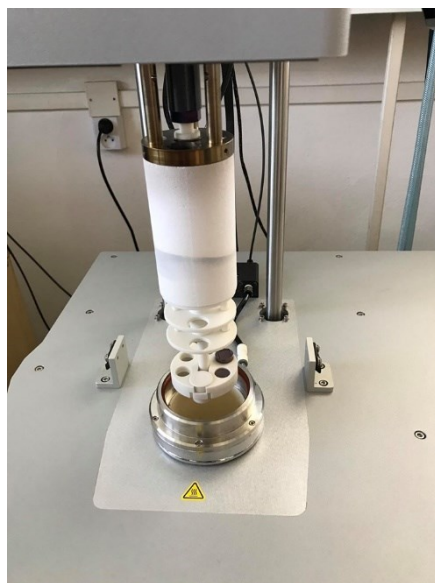
Přístroj funguje tak, že mění teplotu vzorku a měří změnu jeho hmotnosti a tepelní bilance. Tímto způsobem se může stanovit bod tání materiálů, teplota a energie fázových přechodů, množství těkavých látek ve vzorku nebo reakce, které probíhají při změně teploty. [13]



Obrázek 16 Měřicí přístroj STA 504

4.2.4 Měřicí přístroj EM 1600

Obrovskou výhodou tohoto měřicího přístroje je, že může měřit více vzorků najednou. Pro měření je používán kruhový vzorek s tloušťkou přibližně 2 – 3 mm. Důležitou vlastností je jeho tloušťka, čím je vzorek tenčí, tím lepe vede teplo.



Obrázek 17 Měřicí přístroj EM 1600

4.3 PTC keramika

PTC keramika, nebo-li *Positive Temperature Coefficient* slouží pro výrobu dvoupólových elektrických součástek, které se nazývají termistory a mají vysokou míru uplatnění v moderním světě. PTC termistory (pozistory) jsou vyráběny práškovou metalurgií z feroelektrické keramiky na bázi BaTiO_3 . Pro tento materiál je typické, že se vzrůstající teplotou dochází k zvyšování odporu. [14-15]

5. Výsledky měření teplotních vlastností PTC keramiky

Na základě výše uvedených charakteristik, které jsou podstatné pro správné provedení výpalu pozistorů, byla provedena měření tepelné vodivosti, tepelné kapacity a teplotní roztažnosti v závislosti na teplotě, která charakterizuje náběhovou křivku při výpalu dané součásti.

Vzorky pro jednotlivá měření byly připraveny dle specifikace laboratoře, která měření prováděla. V tomto případě bylo měření realizováno na VŠB-TU Ostrava, Fakultě materiálově technologické, Katedře tepelné techniky. Pro měření byla analyzovaná keramika nadělena na rozměry.

Rozměry vzorku pro teplotní a tepelnou vodivost a také pro tepelnou kapacitu:

Rozměr vzorků, použitý pro měření je uveden v Technické zprávě. [17]

Teplotní roztažnost:

Rozměr vzorků, použitý pro měření je uveden v Technické zprávě. [17]

5.1 Výsledky měření

V tabulce č. 1 jsou uvedeny výsledky měření vybraných vlastností keramického substrátu na bázi BaTiO_3 . Vývoj jednotlivých veličin v závislosti na teplotě měření je dále detailně probrán u grafického zobrazení uvedené závislosti.

S ohledem na citlivost a originalitu dosažených výsledků jsou tyto uvedeny pouze v Technické zprávě. [17]

6. Porovnání vlivů pomocné keramiky

Cílem této pomocné keramiky je nejen zajistit funkci nosiče při průchodu průběžnou pecí, ale také co nejrovnoměrnější rozložení teploty při výpalu.

Je žádoucí, aby PTC substráty ve všech pozicích v sintrační lodičce měly stejný teplotní průběh výpalu. Během výpalu keramiky totiž dochází ke slinování keramiky a difúzi dopantů, které přímo určují elektrické vlastnosti PTC keramiky. Jakákoliv drobná odchylka v teplotním profilu řádu několika °C znamená zásadní změnu elektrických vlastností PTC keramiky – odporu a jeho teplotní závislosti.

Kritická oblast pro ovlivnění elektrických vlastností PTC keramiky je při teplotách nad 900°C. Proto je nutné zajistit rovnoměrný ohřev, výdrž na maximální teplotě a chlazení při těchto teplotách. Pro lepší představu je k uvedenému procesu přiložen diagram znázorňující závislost mezi teplotou a časem. Přičemž je viditelná rovnoměrně rostoucí i klesající teplota v časovém horizontu, (příklad, viz. Obr. 22, který je uveden v Technické zprávě [17]).

Aby pomocná keramika zajistila co nejrovnoměrnější ohřev, měla by mít co nejvyšší tepelnou vodivost. Díky ní by se mělo teplo dodávané pecí co nejrychleji rozvést po všech PTC substrátech v lodičce. Při chladnutí potom pomáhá vysoká tepelná kapacita pomocné keramiky, která teplo udržuje rovnoměrně ve všech pozicích sintrační lodičky.

Oba tyto parametry jsou dány nejen vlastnostmi samotného materiálu keramiky, ale také způsobem výroby – velikostí zrn, hustotou lisování a teplotním procesem slinování keramických zrn. Procesní parametry jsou proto popsány také hustotou a porozitou keramiky. Doplnující informaci o homogenitě pomocné keramiky, její struktuře a fázových přechodech dodává teplotní roztažnost keramiky.

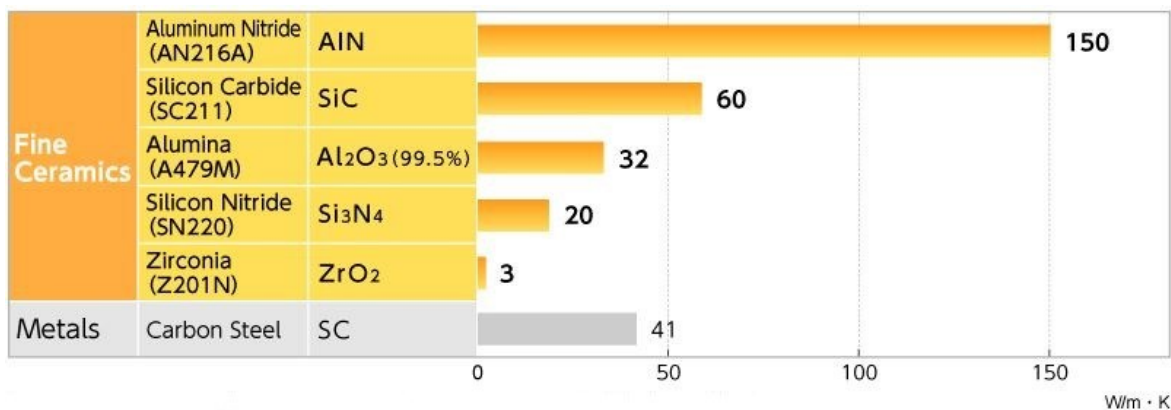
Vysoká tepelná kapacita a tepelná vodivost by tedy měla být doprovázena vysokou hustotou materiálu, jeho nízkou porozitou a nízkou teplotní roztažností s minimem fázových přeměn.

7. Návrh možného směru při vývoji nových materiálů

Strojírenský průmysl jde stále dopředu a tím vývoj nových technologií a materiálů. Vzhledem k širokému spektru materiálu si každá firma může vybírat. Většinou platí, čím je kvalitnější materiál, tím je vyšší pořizovací cena. Důležité je najít vhodný kompromis mezi vyšší cenou těchto materiálů a jejich přínosem ke zlepšení parametrů PTC.

Tabulková hodnota materiálů je vždy vyšší než skutečná hodnota vyrobené keramiky. Cílem je přiblížit se tabulkové hodnotě – hledat dodavatele nebo jiné verze produktů, které by měly parametry bližší tabulkové hodnotě v přijatelném cenovém rozsahu.

Dalším cílem je hledat jiné materiály, které by měly lepší parametry – tepelnou vodivost, tepelnou kapacitu. Vhodnými kandidáty by mohly být AlN nebo SiC, které mají vysokou tepelnou vodivost a zároveň vysokou teplotní stabilitu. (příklad, viz. Obr. 23). Případně lze jednotlivé substráty kombinovat a tím způsobem významně ovlivnit vlastnosti keramických materiálů.



Obrázek 18 Tepelná vodivost při pokojové teplotě

Zdroj: <https://global.kyocera.com/fcworld/charact/heat/thermalcond.html>

Závěr

Práce je zaměřena na řešení problematiky vlivu teploty na tepelnou vodivost, tepelnou kapacitu a teplotní roztažnost keramického substrátu BaTiO_3 , který slouží jako práškový materiál pro výrobu keramických pozistorů, které se vyznačují významnými elektrickými vlastnostmi a tepelnou stabilitou při vysokých teplotách, díky čemuž mají vysokou míru uplatnění.

Bylo provedeno rozsáhlé měření, které bylo z finančního i časového hlediska náročné a přímo navazuje na dlouhodobý výzkumný záměr firmy TDK.

Výsledky měření uvedených vlastností jsou v dobré korelaci s odbornou literaturou, která je zaměřena na obdobnou problematiku. Je zřejmé, že významnou úlohu ve vývoji vlastností zastává polymorfní přeměna krystalografické mřížky, která je iniciována při teplotě 140°C . Při této teplotě (T_c – Currieho teplota) dochází k podstatnému zvýšení tepelné kapacity a současně poklesu součinitele teplotní vodivosti. Tento jev snižuje rozsah teplot použití daného typu keramiky.

Primární záměr práce není řešení problematiky vlivu teploty na tepelné vlastnosti, ale shromáždění dostatečného množství dat pro vytvoření numerického modelu, který bude věrohodně popisovat vliv teploty výpalu keramického pozistoru na výsledné vlastnosti finálního produktu. S ohledem na potřebné množství výsledků a množství zkoušených materiálů bude práce nadále pokračovat.

Poděkování

Tím to bych rád poděkoval všem, kteří mi pomáhali při vzniku této bakalářské práce. Především děkuji mému vedoucím práce panu Ing. Ondřeji Hilšerovi, za odborné vedení a cenné rady, které mi poskytl.

Dále bych chtěl poděkovat firmě TDK Electronics, s.r.o., že mi umožnila zpracování bakalářské práce. Velké díky také patří panu RNDr. Zdeňku Sitovi, Ph.D, který mi rovněž poskytl spoustu cenných informací a námětů pro psaní této práce.

Použitá literatura

- [1] *Co vyrábí TDK*. Pracevtdk.cz [online]. 2018 [cit. 2020-05-04]. Dostupné z: <https://www.pracevtdk.cz/co-vyrabi-tdk>
- [2] Interní dokumentace firmy TDK Electronics, s.r.o.
- [3] RYBIČKOVÁ, Stanislava. *Šumperský Epcos změnil logo. Dostal se pod křídla koncernu TDK*. Sumpersky.denik.cz [online]. Šumperk, 2012 [cit. 2020-05-04]. Dostupné z: https://sumpersky.denik.cz/galerie/foto.html?mm=tdk_spk
- [4] Artbauer, J., Šedovi, J., Adamec, V.: *Izolanty a izolácie*, Bratislava: Alfa, 1969.
- [5] TRNKA, P. a kol. Progresivní keramika v elektronických aplikacích. *Advances in Electrical and Electronic Engineering*. 2007, vol. 6, no. 3, p. 440-443. ISSN 1336-1376.
- [6] HLAVÁČ, J.: *Základy technologie silikátů*. SNTL - Nakladatelství technické literatury, Praha, 1988.
- [7] PTÁČEK, L. a kol. *Nauka o materiálu II.* 2. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, s. r. o., 252 s. ISBN 80-7204-248-3.
- [8] *Thermal conductivity of selected materials and gases*. [online], [cit. 2020-05-11]. Dostupné z: https://www.engineeringtoolbox.com/thermal-conductivity-d_429.html.
- [9] NOVÁK, J. a kol. *Fyzikální chemie-bakalářský a magisterský kurz*. skriptum. 1. vyd. Praha: VŠCHT Praha, 2008. 670 s. ISBN 978-80-7080-675-3.
- [8] Wikipedie: Otevřená encyklopedie: *Tepelná vodivost* [online]. c2020 [citováno 11. 05. 2020]. Dostupný z: https://cs.wikipedia.org/w/index.php?title=Tepeln%C3%A1_vodivost&oldid=18150347
- [9] Wikipedie: Otevřená encyklopedie: *Tepelná kapacita* [online]. c2018 [citováno 11. 05. 2020]. Dostupný z: https://cs.wikipedia.org/w/index.php?title=Tepeln%C3%A1_kapacita&oldid=16732199
- [10] *Coefficients of Thermal Expansion*. Global.kyocera.com [online]. [cit. 2020-05-11]. Dostupné z: <https://global.kyocera.com/fcworld/charact/heat/thermaexpan.html>

- [11] *Planetový kulový mlýn PM 400*. Retsch.cz [online]. 2020 [cit. 2020-05-11]. Dostupné z: <https://www.retsch.cz/cz/produkty/mleti/kulove-mlyny/pm-400/planetovy-kulovy-mlyn-pm-400/>
- [12] *DIL 803 Dual Sample Dilatometer*. Tainstruments.com [online]. New Castle, 2019 [cit. 2020-05-11]. Dostupné z: <https://www.tainstruments.com/dil-803/>
- [13] *STA 504 SIMULTANEOUS THERMAL ANALYZER*. Tainstruments.com [online]. New Castle, 2012 [cit. 2020-05-12]. Dostupné z: <http://www.tainstruments.com/wp-content/uploads/STA.pdf>.
- [14] OVČÁČÍKOVÁ, H. a VLČEK, J. *Speciální keramické materiály*. skriptum. 1. vyd. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2013. 111s. ISBN 978-80-248-3365-1.
- [15] ACOSTA, M.a kol. BaTiO₃-based piezoelectrics: Fundamentals, current status, and perspectives. *Applied Physics Reviews*. 2017, vol. 4, 54 p. ISSN 1931-9401.
- [16] VILLAFUERTE-CASTREJÓN, M. E. a kol. Towards lead-free piezoceramics: Facing a synthesis challenge. *Materials*. 2016, vol. 9, no. 21, 27 p. ISSN 1996-1944.
- [17] Kobza, Š. *Charakterizace pomocné keramiky pro výpal termistorů: Technická zpráva*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra mechanické technologie, 2020, 48 s, Vedoucí práce: Hilšer, O.

Seznam obrázků

<i>Obrázek 1 Keramické součástky značky EPCOS.....</i>	<i>11</i>
<i>Obrázek 2 Feritové součástky značky EPCOS</i>	<i>11</i>
<i>Obrázek 3 Snímek firmy z leteckého pohledu</i>	<i>12</i>
<i>Obrázek 4 Hlavní budova firmy TDK.....</i>	<i>12</i>
<i>Obrázek 5 Vojenské letadlo – Lockheed C-130 Hercules.....</i>	<i>15</i>
<i>Obrázek 6 Senzor kyslíku (Lambda sonda).....</i>	<i>16</i>
<i>Obrázek 7 Ortopedický implantát.....</i>	<i>17</i>
<i>Obrázek 8 Keramické kuličkové ložisko</i>	<i>18</i>
<i>Obrázek 9 Keramické brusné kotouče</i>	<i>20</i>
<i>Obrázek 10 Schematické zobrazení sledu operací při výrobě pozistorů [2]</i>	<i>21</i>
<i>Obrázek 11 Příklad keramického granulátu [2].....</i>	<i>22</i>
<i>Obrázek 12 Základní tvary vylisku z granulátu [2]</i>	<i>22</i>
<i>Obrázek 13 Schematické znázornění procesu lisování [2]</i>	<i>23</i>
<i>Obrázek 14 Planetový kulový mlýn PM 400[11]</i>	<i>27</i>
<i>Obrázek 15 Dilatometr DIL 803.....</i>	<i>28</i>
<i>Obrázek 16 Měřicí přístroj STA 504.....</i>	<i>29</i>
<i>Obrázek 17 Měřicí přístroj EM 1600</i>	<i>30</i>
<i>Obrázek 18 Tepelná vodivost při pokojové teplotě.....</i>	<i>33</i>